



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: AKIO IKEDA, et al. )  
Serial No.: 10/707,033 ) Group Art Unit: NYA  
Filed: November 17, 2003 ) Before the Examiner  
For: RECYCLE METHOD FOR )  
POLYCARBONATE RESIN )  
WASTE )

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313

**CLAIM FOR PRIORITY**

Dear Sir:

Enclosed herewith is a certified copy of Japanese Application No. 2002-359578 filed December 11, 2002. The enclosed Japanese Application is directed to the invention disclosed and claimed in the above-identified application.

Applicant's hereby claim the benefits of the filing date of December 11, 2002 to Japanese Application 2002-359578 under provisions of 35 U.S.C. 119 and the International Convention for the protection of Industrial Property.

If any fees are due with regard to this claim for priority, please charge them to Deposit Account No. 07-0862.

I certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner of Patents and Trademarks, Alexandria, VA 22313 on

November 19, 2003  
(Date of Deposit)

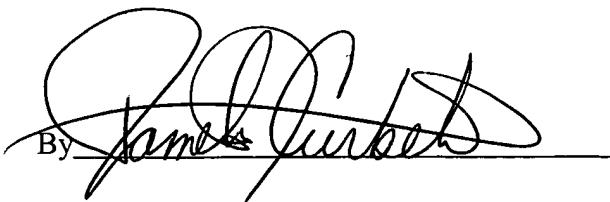
Lindsay Wells  
(Name of Person Mailing Paper)

Signature

11/19/03  
Date

Respectfully submitted,

CANTOR COLBURN LLP



By Pamela J. Curbelo

Pamela J. Curbelo  
Registration No. 34,676

Date: November 19, 2003  
Address: 55 Griffin Road South, Bloomfield, Connecticut 06002  
Telephone: (860) 286-2929

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年12月11日

出願番号  
Application Number: 特願2002-359578

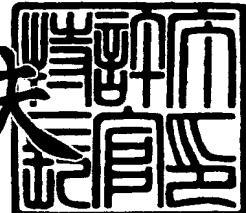
[ST. 10/C]: [JP2002-359578]

出願人  
Applicant(s): 日本ジーイープラスチックス株式会社

2003年 7月30日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P02777-010  
【提出日】 平成14年12月11日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸3番地 日本ジーイープラスチック  
                  株式会社 千葉事業所内  
【氏名】 木村 隆人  
【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸3番地 日本ジーイープラスチック  
                  株式会社 千葉事業所内  
【氏名】 池田 秋夫  
【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県市原市千種海岸3番地 日本ジーイープラスチック  
                  株式会社 千葉事業所内  
【氏名】 下田 智明  
【特許出願人】  
【識別番号】 390000103  
【氏名又は名称】 日本ジーイープラスチックス株式会社  
【代理人】  
【識別番号】 100081994  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 鈴木 俊一郎  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100103218  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 牧村 浩次

**【選任した代理人】****【識別番号】** 100107043**【弁理士】****【氏名又は名称】** 高 畑 ちより**【選任した代理人】****【識別番号】** 100110917**【弁理士】****【氏名又は名称】** 鈴 木 亨**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 014535**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 9816429**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリカーボネートの樹脂のリサイクル法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリカーボネートをリサイクルする方法において、  
ポリカーボネート廃樹脂および/またはポリカーボネートオリゴマーをエステル交換重合装置に添加し、重縮合反応を進行させる際に、エステル交換反応系中に含まれるポリカーボネート重縮合成分のOH基濃度を調整することを特徴とするポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

【請求項 2】

重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する該重縮合装置の任意の箇所に、ポリカーボネート廃樹脂を供給し、廃樹脂とのエステル交換反応および/または重縮合反応を進行させる際に、あらかじめポリカーボネートオリゴマーの末端OH基濃度を、調整して重縮合することを特徴とするポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

【請求項 3】

重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する際、前段の重縮合工程（オリゴマー化工程）の重合槽の出口側に末端OH基濃度を調整したポリカーボネート廃樹脂を供給し、後段の重縮合装置で製造される樹脂と供給した廃樹脂とのエステル交換反応および/または重縮合反応を進行させることを特徴とするポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

【請求項 4】

ポリカーボネートがビスフェノールAを主成分とする芳香族ポリカーボネートである請求項1～3のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

【請求項 5】

さらに末端調整剤を添加することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

【請求項 6】

末端調整剤が芳香族ジヒドロキシ化合物である請求項5に記載のポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

### 【請求項7】

芳香族ジヒドロキシ化合物がビスフェノールAである請求項6に記載のポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、ポリカーボネート廃樹脂の経済的なリサイクル方法に関するものであり、さらに詳しくは溶融重合法の製造設備を用いる、ポリカーボネート樹脂廃棄物のリサイクリングに関する。

#### 【0002】

##### 【発明の技術的背景】

ポリカーボネートは、レンズ、コンパクトディスク、建築材料、自動車部品、OA機器のシャーシー、カメラボディ、ボトル、繊維等種々の用途に利用されている極めて付加価値の高い材料であり、ますます需要が増加しつつある。

これらの製品はその利用が終了すると、多くは廃棄物として焼却または地中に埋める等の方法で処分されている。近年、環境保全や経済性、資源の有効利用の観点から、これらの廃棄物を回収し、再利用することが検討されている。

#### 【0003】

たとえば、ポリカーボネート廃樹脂は、一部再成形されて利用されている。しかしながら、再成形すると、分子量が低下したり、強度などの物性が低下したり、着色してしまうなどの問題があり、大量に再利用することは困難であった。また、再利用するとしても、その使用後は廃棄されるため本質的なリサイクルになつていないので現状である。

#### 【0004】

このようなポリカーボネート廃樹脂を有効的に再利用する方法について種々の検討がなされている。

たとえば、特開平6-220184号公報（特許文献1）では、廃ポリカーボ

ネートをモノフェノール類に溶解し、4級アンモニウム化合物や4級ホスホニウム化合物触媒の存在下、解反応させて（崩壊させて）、オリゴカーボネート類、ジアリールカーボネート類およびジフェノール類の混合物を生成させ、得られるオリゴカーボネートを、重縮合を行ない、ポリカーボネートを製造することが開示されている。

### 【0005】

また、特開平7-316280号公報（特許文献2）では、廃芳香族ポリカーボネート樹脂を解重合して得られる芳香族ジヒドロキシ化合物やジアリールカーボネート化合物等を再び芳香族ポリカーボネート樹脂製造の原料として利用するリサイクル方法が開示され、具体的には、廃芳香族ポリカーボネートと芳香族モノヒドロキシ化合物とのエステル交換反応によって、芳香族ジヒドロキシ化合物とジアリールカーボネート化合物の芳香族ポリカーボネート原料を回収するに際し、（A）芳香族ポリカーボネート樹脂と芳香族モノヒドロキシ化合物とをエステル交換反応させる第一工程、（B）第一工程で得られた反応生成物から、芳香族モノヒドロキシ化合物を含むジアリールカーボネート化合物を蒸留分離する第二工程、（C）第二工程で残留した芳香族ジヒドロキシ化合物へ芳香族モノヒドロキシ化合物を加えて加熱し、両者の付加体を形成せしめた後、冷却により該付加体を晶析せしめて分離する第三工程および（D）第三工程で得られた結晶を加熱溶融後、芳香族モノヒドロキシ化合物を留去して芳香族ジヒドロキシ化合物を得る第四工程よりなること廃芳香族ポリカーボネート樹脂のリサイクル方法が開示されている。

### 【0006】

しかしながら、これらの方法は、一旦莫大なエネルギーをかけて高分子量化されたポリカーボネートを、再び、大きなエネルギーを費やし、オリゴマーあるいはモノマーに解重合しなければならない方法であり、エネルギー効率から考えて、とても効率的なものではなかった。

また、特開平11-152371号公報（特許文献3）には、ポリカーボネートを解重合しない方法として、廃ポリカーボネートを溶媒に溶解したのち、溶解ポリカーボネート成分を、結晶化し、固相重合する方法が開示されている。しか

しながら係る方法では、溶剤を使用しなければならない欠点があり、これも、エネルギー面、環境衛生面から必ずしも満足しうるものではなかった。

### 【0007】

#### 【特許文献1】

特開平6-220184号公報

#### 【特許文献2】

特開平7-316280号公報

#### 【特許文献3】

特開平11-152371号公報

### 【0008】

#### 【発明の目的】

本発明は、ポリカーボネート廃樹脂を、溶融重縮合装置を用いることにより、高いエネルギー効率で、ポリカーボネートを再生する本質的なりサイクル方法を提供することを目的とする。

### 【0009】

#### 【発明の概要】

本発明者らは、上記のような従来技術に伴う問題点を解消すべく検討した結果、ポリカーボネート廃樹脂を、解重合するためだけのプロセスを経ることなく直接溶融重縮合装置に添加し、反応させれば、従来品と同等のポリカーボネートが得られることを見出した。

### 【0010】

本発明に用いられるポリカーボネート廃樹脂は、エステル交換法、界面法で製造されたものを問わないものの、エステル交換法で得られたポリカーボネートと界面法で得られたポリカーボネートでは、エステル交換反応の基点となるOH基濃度が異なるため反応速度が異なる。そのため、単に、ポリカーボネート廃樹脂をそのままエステル交換重合装置に添加しても、必ずしも反応速度が早くなかったり、重合が進みにくかったりするという新たな問題点があった。

### 【0011】

さらに検討を進めた結果、ポリカーボネート廃樹脂を添加するエステル交換反

応系のOH濃度を調整することでこの問題点を解消できることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明に係るポリカーボネート樹脂をリサイクルする方法は、ポリカーボネート廃樹脂および/またはポリカーボネートオリゴマーをエステル交換重合装置に添加し、重縮合反応を進行させる際に、エステル交換反応系中に含まれるポリカーボネート重縮合成分のOH基濃度を調整することを特徴としている。

また、本発明に係るポリカーボネート樹脂をリサイクルする方法は、重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する該重縮合装置の任意の箇所に、ポリカーボネート廃樹脂を供給し、廃樹脂とのエステル交換反応および/または重縮合反応を進行させる際に、あらかじめポリカーボネートオリゴマーの末端OH基濃度を、最終製品の重合度、目標の重合速度を達成できるように調整して重縮合することを特徴としている。

#### 【0012】

さらにまた、本発明に係るポリカーボネート樹脂をリサイクルする方法は、重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する際、前段の重縮合工程（オリゴマー化工程）の重合槽の出口側に末端OH基濃度を調整したポリカーボネート廃樹脂を供給し、後段の重縮合装置で製造される樹脂と供給した廃樹脂とのエステル交換反応および/または重縮合反応を進行させることを特徴としている。

#### 【0013】

前記方法では、ポリカーボネートがビスフェノールAを主成分とする芳香族ポリカーボネートが好適である。

上記方法では、さらに末端調整剤を添加してもよく、末端調整剤としては芳香族ジヒドロキシ化合物が好適であり、特にビスフェノールAが好適である。

このような方法でリサイクルされたポリカーボネートは、分岐の生成が極力抑えられ、色相が改良されたポリカーボネートを効率良く、製造することができる。

#### 【0014】

### 【発明の具体的説明】

以下、本発明について具体的に説明する。

本発明はポリカーボネート廃樹脂をリサイクルして新たにポリカーボネートを製造するものである。

#### 【ポリカーボネート廃樹脂】

本発明で使用されるポリカーボネート廃樹脂の重量平均分子量としては特に制限されない。

#### 【0015】

本発明では、このようなポリカーボネート廃樹脂として、廃成形体から回収された回収樹脂および樹脂の製造過程で生成した規格外樹脂（たとえば、銘柄変更や運転初期等によって生成する規格外品）、成形時に発生した屑、スプール、成形規格外品、耐用年数を過ぎた成形品などが使用される。

このような廃樹脂成形体には、耐熱、耐候安定剤、離型剤、無機有機充填剤、難燃剤、粘度調整剤などの一般に公知の添加剤を含んでいてもよく、また触媒などが含まれていてもよい。さらには、また表面がメッキされているもの、塗装されているものであってもよい。

#### 【0016】

このような廃樹脂成形体は、粉碎され、スクリーンメッシュを通すことにより、廃樹脂に含まれる異物を取り除かれていることが好ましい。スクリーンメッシュを通すプロセスとしては、廃プラスチックスの粉碎選別工程や再ペレット化の押し出し溶融混練時が挙げられる。このプロセスのうち、どちらか一方行うだけでもよいし、より異物の除去が必要な場合は2つのプロセスで共にスクリーンメッシュを通しても良い。メッシュの目開き径は、必要度により異なるがJIS規格による10メッシュ以上が良い。また、廃樹脂成形体の粉碎物は、そのまま組成物調製用に使用できるが、粉碎品の形状によっては、押し出しの際にフィーダー工程で問題が生じたり、押し出し自体が不安定になる等、生産性に影響を及ぼすことがある。このため、長手方向で30mm以下まで粉碎しておくことが望ましい。

#### 【0017】

また廃樹脂成形体は一般的に埃や油等の環境物質が付着していることがあるので、エアー吹きによる乾式洗浄法、水や有機溶剤、界面活性剤を使用する湿式洗浄法で表面を洗浄していてもよい。

廃樹脂成形体には用途や回収ルートによって金属破片が含まれることがある。金属破片はコンタミとしてリサイクル材としての特性を損なうだけでなく、成形時に使用される押し出し機にも大きなダメージを与えることがある。このため、公知の金属検知器で金属不純物を排除しておいてもよい。

#### 【0018】

本発明で使用されるポリカーボネート廃樹脂はとしては、公知のホスゲン法または溶融法により作られた芳香族ポリカーボネート（たとえば、特開昭63-215763号および特開平2-124934号公報参照）を使用することができる。本発明で使用されるポリカーボネート廃樹脂には、末端封止剤、安定剤などの各種添加剤、重縮合時に使用された触媒などが含まれていてもよい。

#### 【0019】

本発明では、このようなポリカーボネート廃樹脂を溶融状態にして、エステル交換反応系に添加される。なお、反応を阻害する添加剤を含むポリカーボネート廃樹脂を重縮合反応系に添加しても、エステル交換反応系のOH基濃度、場合によつては、触媒の種類、量の最適化を図ることによりスムーズに重縮合反応が進行する。また、驚くべきことに、得られるポリカーボネートの平均分子量のバラツキもなく、また所望の分子量に制御することも可能である。さらに、ポリカーボネート廃樹脂の分子量が所望の分子量よりも小さい場合であっても、大きい場合であっても最終的に得られるポリカーボネート樹脂の分子量は所望の範囲に制御できる。このような理由は定かではないものの、重縮合反応時に添加されたポリカーボネート廃樹脂が解重合したり、エステル交換反応や重縮合反応が進行しているものと推察される。

#### [重縮合原料]

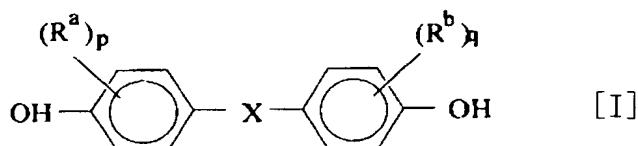
本発明に係るリサイクル方法でポリカーボネート樹脂をリサイクルする際には、ポリカーボネート重縮合原料として、ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルとが使用される。

## 【0020】

本発明で使用されるジヒドロキシ化合物としては、特に限定されるものではなく、たとえば、下記式 [I] で表されるビスフェノール類が使用される。

## 【0021】

## 【化1】



(式中、R<sup>a</sup>、R<sup>b</sup>は、ハロゲン原子または1価の炭化水素基でありこれらは同一であっても、異なっていてもよい。p、qは0~4の整数である。

Xは、 $\begin{array}{c} R^c \\ | \\ -C- \end{array}$ 、 $\begin{array}{c} | \\ -C- \end{array}$ であり、R<sup>c</sup>およびR<sup>d</sup>は水素原子または1価の炭化水素基であり、R<sup>c</sup>とR<sup>d</sup>で環構造を形成してもよく、R<sup>c</sup>は2価の炭化水素基である。)

## 【0022】

上記のような式 [I] で示されるビスフェノール類としては、具体的には、

1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、

1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、

2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン（以下ビスフェノールA）、

2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、

2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)オクタン、

1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、

1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)n-ブタン、

ビス(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、

2,2-ビス(4-ヒドロキシ-1-メチルフェニル)プロパン、

1,1-ビス(4-ヒドロキシ-t-ブチルフェニル)プロパン、

2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-ブロモフェニル)プロパンなどのビス(ヒドロキシアリール)アルカン類、

1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、

1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサンなどのビス(ヒドロキシアリール)シクロアルカン類などが挙げられる。

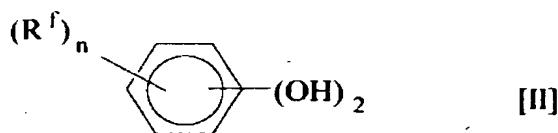
## 【0023】

また本発明では、上記式中、Xが-O-、-S-、-SO-または-SO<sub>2</sub>-であるようなビスフェノール類も挙げられる。

またビスフェノール類として下記式 [II] で示される化合物も挙げられる。

## 【0024】

## 【化2】



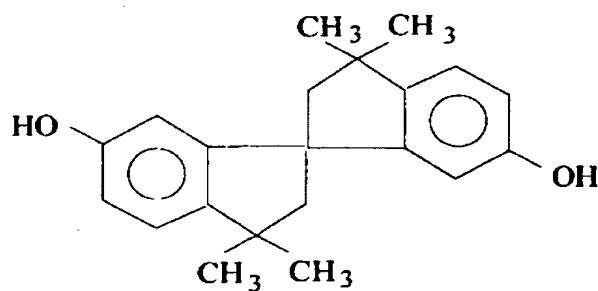
## 【0025】

(式中、R<sup>f</sup>はハロゲン原子または炭素数1～10の炭化水素基またはハロゲン置換炭化水素基であり、nは0～4の整数である。nが2以上のとき、R<sup>f</sup>は同一であっても異なっていてもよい。)

ビスフェノール類としては、さらに下記式で示される2,2,2',2'-テトラヒドロ-3,3,3',3'-テトラメチル-1,1'-スピロビ-[IH-インデン]-6,6'-ジオールを用いることもできる。

## 【0026】

## 【化3】



## 【0027】

これらのうちでも、上記式 [I] で示されるビスフェノール類が好ましく、特にビスフェノールAが好ましい。

また、本発明では、これらの2種または3種以上のジヒドロキシ化合物を組合せて共重合ポリカーボネートを製造することも可能である。

本発明で使用される炭酸ジエステルとしては、ジフェニルカーボネート、ビス(2,4-ジクロルフェニル)カーボネート、ビス(2,4,6-トリクロルフェニル)カーボネート、ビス(2-シアノフェニル)カーボネート、ビス(o-ニトロフェニル)カーボネート、ジトリルカーボネート、m-クレジルカーボネート、ジナフチルカーボネート、ビス(ジフェニル)カーボネート、ジエチルカーボネート、ジメチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシリカーボネートなどが挙げられる。これらのうち、ジフェニルカーボネートが好ましく用いられる。これらは2種以上併用することもできる。これらのうちでも特にジフェニルカーボネートが好ましく用いられる。

### 【0028】

本発明で用いられる炭酸ジエステルとともに、ジカルボン酸あるいはジカルボン酸エステルが含有されていてもよい。具体的に、炭酸ジエステルは、ジカルボン酸あるいはジカルボン酸エステルを好ましくは50モル%以下、さらに好ましくは30モル%以下の量で含有していてもよい。

このようなジカルボン酸あるいはジカルボン酸エステルとしては、テレフタル酸、イソフタル酸、セバシン酸、デカン二酸、ドデカン二酸、セバシン酸ジフェニル、テレフタル酸ジフェニル、イソフタル酸ジフェニル、デカン二酸ジフェニル、ドデカン二酸ジフェニルなどを挙げることができる。炭酸ジエステルは、これらのジカルボン酸あるいはジカルボン酸エステルを2種以上含有していてもよい。

### 【0029】

このようなジカルボン酸あるいはジカルボン酸エステルを含有する炭酸ジエステルと、前記芳香族ジヒドロキシ化合物とを重縮合させると、ポリエステルポリカーボネートが得られる。

溶融重縮合触媒としては、通常、(a)アルカリ金属化合物および／またはアルカリ土類金属化合物（以下(a)アルカリ（土類）金属化合物ともいう）が使用される。

### 【0030】

(a)アルカリ（土類）金属化合物としては、アルカリ金属およびアルカリ土類

金属の有機酸塩、無機酸塩、酸化物、水酸化物、水素化物あるいはアルコラートなどが好ましく用いられる。具体的に、アルカリ金属化合物としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸リチウム、水素化ホウ素ナトリウム、水素化ホウ素リチウム、フェニル化ホウ素ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸リチウム、リン酸二水素ナトリウム、リン酸二水素カリウム、リン酸二水素リチウム、リン酸二水素ルビジウム、リン酸二水素セシウム、リン酸水素二ナトリウム、リン酸水素二カリウム、リン酸水素二リチウム、リン酸水素二ルビジウム、リン酸水素二セシウム、リン酸三ナトリウム、リン酸三カリウム、リン酸三リチウム、リン酸三ルビジウム、リン酸三セシウム、亜リン酸二水素リチウム( $\text{LiH}_2\text{P}_0_3$ )、亜リン酸二水素ナトリウム( $\text{NaH}_2\text{P}_0_3$ )、亜リン酸二水素カリウム( $\text{KH}_2\text{P}_0_3$ )、亜リン酸二水素ルビジウム( $\text{RbH}_2\text{P}_0_3$ )、亜リン酸二水素セシウム( $\text{CsH}_2\text{P}_0_3$ )、亜リン酸水素二リチウム( $\text{Li}_2\text{HP}_0_3$ )、亜リン酸水素二ナトリウム( $\text{Na}_2\text{HP}_0_3$ )、亜リン酸水素二カリウム( $\text{K}_2\text{HP}_0_3$ )、亜リン酸水素二ルビジウム( $\text{Rb}_2\text{HP}_0_3$ )、亜リン酸水素二セシウム( $\text{Cs}_2\text{HP}_0_3$ )、亜リン酸三リチウム( $\text{Li}_3\text{P}_0_3$ )、亜リン酸三ナトリウム( $\text{Na}_3\text{P}_0_3$ )、亜リン酸三カリウム( $\text{K}_3\text{P}_0_3$ )、亜リン酸三ルビジウム( $\text{Rb}_3\text{P}_0_3$ )、亜リン酸三セシウム( $\text{Cs}_3\text{P}_0_3$ )、ビスフェノールAの二ナトリウム塩、二カリウム塩、二リチウム塩、フェノール類のナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩などが挙げられ、アルカリ土類金属化合物としては、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、水酸化マグネシウム、水酸化ストロンチウム、炭酸水素カルシウム、炭酸水素バリウム、炭酸水素マグネシウム、炭酸水素ストロンチウム、炭酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸マグネシウム、炭酸ストロンチウム、酢酸カルシウム、酢酸バリウム、酢酸マグネシウム、酢酸ストロンチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸ストロンチウム、アルカリ土類金属化合物のリン酸塩、亜リン酸塩などが挙げられる。これら化合物を2種以上併用することもできる。

## 【0031】

このようなアルカリ（土類）金属化合物は、ビスフェノール類1モルに対して、 $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-3}$ モル、好ましくは $1 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-6}$ モル、さらに好ましくは $1 \times 10^{-7} \sim 8 \times 10^{-7}$ モルの量で、溶融重縮合反応中に含まれていることが望ましい。また、溶融重縮合反応の原料であるビスフェノール類中に予めアルカリ（土類）金属化合物が含まれている場合、溶融重縮合反応時に存在するアルカリ（土類）金属化合物の量が、ビスフェノール類1モルに対して、前記範囲となるように添加量を制御することが望ましい。

### 【0032】

また、溶融重縮合触媒として、上記のような(a)アルカリ（土類）金属化合物に加えて(b)塩基性化合物を併用されていてもよい。このような(b)塩基性化合物としては、たとえば高温で易分解性あるいは揮発性の含窒素塩基性化合物、含リン塩基性化合物が挙げられ、具体的には、以下のような化合物を挙げができる。

### 【0033】

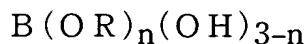
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Me}_4\text{NOH}$ )、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Et}_4\text{NOH}$ )、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Bu}_4\text{NOH}$ )、トリメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド ( $\phi-\text{CH}_2(\text{Me})_3\text{NOH}$ )などのアルキル、アリール、アルアリール基などを有するアンモニウムヒドロオキシド類、テトラメチルfosfoniumヒドロキシド ( $\text{Me}_4\text{POH}$ )、テトラエチルホスフォニウムヒドロキシド ( $\text{Et}_4\text{POH}$ )、テトラブチルホスフォニウムヒドロキシド ( $\text{Bu}_4\text{POH}$ )、トリメチルベンジルホスフォニウムヒドロキシド ( $\phi-\text{CH}_2(\text{Me})_3\text{POH}$ )などのアルキル、アリール、アルアリール基などを有するホスフォニウムヒドロオキシド類、トリメチルアミン、トリエチルアミン、ジメチルベンジルアミン、トリフェニルアミンなどの三級アミン類、 $\text{R}_2\text{NH}$ （式中Rはメチル、エチルなどのアルキル、フェニル、トルイルなどのアリール基などである）で示される二級アミン類、 $\text{RNH}_2$ （式中Rは上記と同じである）で示される一級アミン類、4-ジメチルアミノピリジン、4-ジエチルアミノピリジン、4-ピロリジノピリジンなどのピリジン類、2-メチルイミダゾール、2-フェニルイミダゾールなどのイミダゾール類、あるいはアンモニア、テトラメチルアンモニウムボロハイドライ

ド ( $\text{Me}_4\text{NBH}_4$ ) 、テトラブチルアンモニウムボロハイドライド ( $\text{Bu}_4\text{NBH}_4$ ) 、テトラメチルアンモニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Me}_4\text{NBP}_4$ ) 、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Bu}_4\text{NBP}_4$ ) 、テトラメチルアンモニウムアセテート、テトラブチルアンモニウムアセテート、テトラメチルアンモニウムリン酸塩、テトラブチルアンモニウムリン酸塩、テトラメチルアンモニウム亜リン酸塩、テトラブチルアンモニウム亜リン酸塩、テトラメチルホスホニウムボロハイドライド ( $\text{Me}_4\text{PBH}_4$ ) 、テトラブチルホスホニウムボロハイドライド ( $\text{Bu}_4\text{PBH}_4$ ) 、テトラメチルホスホニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Me}_4\text{PBPh}_4$ ) 、テトラブチルホスホニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Bu}_4\text{NBP}_4$ ) 、テトラメチルホスホニウムアセテート、テトラブチルホスホニウムアセテート、テトラメチルホスホニウムリン酸塩、テトラブチルホスホニウムリン酸塩、テトラメチルホスホニウム亜リン酸塩、テトラブチルホスホニウム亜リン酸塩などの塩基性塩。

### 【0034】

これらのうち、テトラアルキルアンモニウムヒドロキシド類とその塩類、テトラアルキルホスホニウムヒドロキシド類とその塩類が好ましく用いられる。上記のような(b)含窒素塩基性化合物は、ビスフェノール類1モルに対して、 $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-1}$ モル好ましくは $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2}$ モルの量で用いることができる。またさらに触媒として、(c)ホウ酸化合物を用いることもできる。このような(c) ホウ酸化合物としては、ホウ酸およびホウ酸エステルなどを挙げることができる。ホウ酸エステルとしては、下記一般式で示されるホウ酸エステルを挙げることができる。

### 【0035】



式中、Rはメチル、エチルなどのアルキル、フェニルなどのアリールなどであり、nは1、2または3である。

このようなホウ酸エステルとしては、具体的には、ホウ酸トリメチル、ホウ酸トリエチル、ホウ酸トリブチル、ホウ酸トリヘキシル、ホウ酸トリヘプチル、ホウ酸トリフェニル、ホウ酸トリトリル、ホウ酸トリナフチルなどが挙げられる。

### 【0036】

このような(c)ホウ酸またはホウ酸エステルは、ビスフェノール類1モルに対して、 $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-1}$ モル、好ましくは $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-2}$ モル、さらに好ましくは $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-4}$ モルの量で用いることができる。

溶融重縮合触媒としては、たとえば(a)アルカリ（土類）金属化合物と(b)含窒素塩基性化合物とを組合せて、さらには(a)アルカリ（土類）金属化合物と(b)含窒素塩基性化合物と(c)ホウ酸またはホウ酸エステルとの三者を組合せて用いることが好ましい。

### 【0037】

触媒として、上記のような量の(a)アルカリ（土類）金属化合物と(b)含窒素塩基性化合物または含リン塩基性化合物とを組合せて用いると、重縮合反応を十分な速度で進行させることができるとともに、高分子量のポリカーボネートを高い重合活性で生成させることができて好ましい。

なお、(a)アルカリ（土類）金属化合物と(b)含窒素塩基性化合物とを併用する場合、あるいは(a)アルカリ（土類）金属化合物と(b)含窒素塩基性化合物と(c)ホウ酸またはホウ酸エステルとを併用する場合、各触媒成分を混合したものを、ビスフェノール類と炭酸ジエステルとの溶融混合物に添加してもよく、また、個別にビスフェノール類と炭酸ジエステルとの溶融混合物に添加してもよい。

### 【0038】

#### [重縮合工程]

本発明に係るリサイクル方法において、ジヒドロキシ類と炭酸ジエステルとの重縮合は、従来知られている重縮合反応条件と同様な条件下で行うことができる。

具体的には、第一段目の反応を $80 \sim 250^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $100 \sim 230^{\circ}\text{C}$ 、さらに好ましくは $120 \sim 190^{\circ}\text{C}$ の温度で、0~5時間、好ましくは0~4時間、さらに好ましくは0~3時間、常圧下、ビスフェノール類と炭酸ジエステルとを反応させる。次いで反応系を減圧にしながら反応温度を高めて、ビスフェノール類と炭酸ジエステルとの反応を行ない、最終的には $5\text{ mmHg}$ 以下、好ましくは $1\text{ mmHg}$ 以下の減圧下で、 $240 \sim 320^{\circ}\text{C}$ でビスフェノール類と炭酸ジエステルとの重縮合反応を行う。

**[第1の態様]**

本発明の係るポリカーボネート樹脂をリサイクルする方法は、ポリカーボネート廃樹脂および/またはポリカーボネートオリゴマーをエステル交換重合装置に添加し、重縮合反応を進行させる際に、エステル交換反応系に含まれるポリカーボネート重縮合成分のOH基濃度を調整することを特徴としている。

**【0039】**

重合をはじめる前のエステル交換反応系のOH濃度は、反応系に含まれるポリカーボネート廃樹脂・オリゴマーの単位重量当たり200～25000 ppm、好ましくは、500～20000 ppmの範囲になるように調整されることが好ましい。

ここでいうエステル交換系とは、エステル交換反応器中に含まれるポリカーボネート重縮合成分のことであり、たとえばポリカーボネートオリゴマー、ポリカーボネート廃樹脂、ポリカーボネート廃樹脂解重合物、芳香族ジヒドロキシ化合物等の混合系を指す。

**【0040】**

また、最終的に得られるポリカーボネートの極限粘度は0.10～1.0 dl/g、好ましくは0.30～0.65 dl/gであることが好ましい。

このようなOH基濃度は、最終製品の重合度、目標の重合速度にあわせて上記範囲で適宜選択される。また、このようなOH基濃度であれば、ポリカーボネート廃樹脂を加えても反応が充分に進むとともに、色相、透明性に優れ、しかも分岐化合物（後述）の少ないポリカーボネートを得ることができる。

**【0041】**

またポリカーボネート廃樹脂中に含まれるOH基が変動しても重縮合させることも可能であり、ポリカーボネート廃樹脂がOH基濃度の低い溶融法で得られたポリカーボネートであっても、OH基濃度の高い界面法（ホスゲン法）で得られたポリカーボネートであってもいずれにも適用できる。

上記のような重縮合反応は、連続式で行ってもよく、バッチ式で行ってもよい。また上記の反応を行なうに際して用いられる反応装置は、槽型であっても管型

であっても塔型であってもよい。

#### [第2の態様]

本発明に係る第2の態様は、重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する該重縮合装置の任意の箇所に、ポリカーボネート廃樹脂を供給し、廃樹脂とのエステル交換反応および／または重縮合反応を進行させる際に、あらかじめポリカーボネートオリゴマーの末端OH基濃度を、最終製品の重合度、目標の重合速度を達成できるように調整して重縮合する。

#### 【0042】

ポリカーボネートを連続製造する際には、公知の反応装置を使用することが可能であり、特に反応生成物の粘度が低い前重合段階と粘度が高い後重合段階とは、異なる攪拌様式の反応器を用いることが望ましい。

このような反応器としては、例えば縦型攪拌重合槽、薄膜蒸発重合槽、真空室重合槽、横型攪拌重合槽、二軸ベント式押出機等が挙げられる。これら反応器のうちの二つ以上を直列に組合せて使用することが好ましく、特に、少なくとも一の反応器を横型攪拌重合槽等の横型反応器とする組合せが好ましい。このような組合せとして、具体的には、縦型攪拌重合槽と横型攪拌重合槽、横型攪拌重合槽と縦型攪拌重合槽、横型攪拌重合槽と横型攪拌重合槽、縦型攪拌重合槽と真空室重合槽と横型攪拌重合槽、および薄膜蒸発重合槽と二つの横型攪拌重合槽等が挙げられる。

#### 【0043】

反応器を二つ以上組合せて使用する場合、三つ以上の反応器を直列に使用するより好ましく、このときの組合せとしては、少なくとも一の反応器が横型攪拌重合槽等の横型反応器である組合せが望ましい。三つ以上の反応器を直列に使用する組合せとしては、具体的に、二つ以上の縦型攪拌重合槽と一つの横型攪拌重合槽、一つ以上の縦型攪拌重合槽と一つの薄膜蒸発重合槽と一つの横型攪拌重合槽、一つ以上の縦型攪拌重合槽と二つ以上の横型攪拌重合槽などの組合せが挙げられる。このように少なくとも二基の反応器を直列に組合せて用いることによって、重縮合反応を効率良く行なうことができる。

#### 【0044】

ポリカーボネート廃樹脂を添加する時点でのポリカーボネートオリゴマーの末端OH濃度は、エステル交換反応系に含まれるポリカーボネート廃樹脂・オリゴマーの単位重量当たり200～25000 ppm、好ましくは、500～20000 ppmの範囲になるように調整されることが好ましい。

また、最終的に得られるポリカーボネートの極限粘度は0.10～1.0 dl/g、好ましくは0.30～0.65 dl/gであることが好ましい。

#### 【0045】

第2の態様も第1の態様と同様に、またポリカーボネート廃樹脂中に含まれるOH基が変動しても重縮合させることも可能であり、ポリカーボネート廃樹脂がOH基濃度の低い溶融法で得られたポリカーボネートであっても、OH基濃度の高い界面法（ホスゲン法）で得られたポリカーボネートであってもいずれにも適用できる。

#### [第3の態様]

第3の態様では、重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する際、前段の重縮合工程（オリゴマー化工程）の重合槽の出口側に末端OH基濃度を調整したポリカーボネート廃樹脂を供給し、後段の重縮合装置で製造される樹脂と供給した廃樹脂とのエステル交換反応および／または重縮合反応を進行させる。

#### 【0046】

具体的には、図1に示されるように第1段重縮合工程（すなわち、オリゴマーの製造後）の後に添加する。図1は本発明に係るポリカーボネート樹脂のリサイクル方法で使用される重合装置の一態様例を示す概略図である。

図1は、攪拌槽と、前重合槽I、前重合槽II、横型重合槽I、横型重合槽IIおよび押出機と、廃樹脂溶融装置を備えた重合装置であり、攪拌槽に重縮合原料（ビスフェノールAおよびジフェニルカーボネートなど）および触媒を供給し、所定の攪拌スピードで攪拌したのち、前重合槽Iおよび前重合槽IIに順次供給して、重縮合を行い得られた低重縮合度のオリゴマーは、横型重合槽IおよびIIに供給される。廃樹脂溶融装置で溶融された廃ポリカーボネートは連続的に前重合槽IIの出口に供給され、後段の横型重合槽でさらに重縮合反応が所定の極限粘度に

なるまで続けられるようになっている。

#### 【0047】

添加されるポリカーボネート廃樹脂の末端OH基濃度は、エステル交換反応系に含まれるポリカーボネート廃樹脂・オリゴマーの単位重量当たり200～25000 ppm、好ましくは、500～20000 ppmの範囲になるように調整されることが好ましい。

このようなポリカーボネート廃樹脂の末端OH基の調整は、脂肪族、脂環族、芳香族のモノ、ジヒドロキシ化合物、水などのOH基含有の化合物、あるいは、ジフェニルカーボネートなどの炭酸ジエステルを適切な量、添加することで可能である。

#### 【0048】

このような第3の態様ではポリカーボネート廃樹脂を添加する時点でのポリカーボネートオリゴマーのOH基濃度は特に制限されない。

上記第1～3の態様では、いずれも廃樹脂とポリカーボネートオリゴマーとの混合比率は、ポリカーボネートオリゴマーが少ない方が、廃樹脂の利用効率が高くなるので好ましい。具体的には、ポリカーボネート廃樹脂100重量部に対して、0～10000重量部、好ましくは0～200重量部の範囲が好ましい。

#### 【0049】

また、上記第1～3の態様では、いずれも、廃樹脂を添加する際に、末端調整剤を添加してもよい。末端調整剤としては、上記した芳香族ジヒドロキシ化合物が好ましく、特にビスフェノールAが好適である。このような末端調整剤の添加量としては、エステル交換反応系のOH濃度が、反応系に含まれるポリカーボネート廃樹脂・オリゴマーの単位重量当たり200～25000 ppm、好ましくは、500～20000 ppmの範囲になるように調整されることが好ましい。

#### 【0050】

このような末端調整剤はポリカーボネート廃樹脂を溶融する際に添加されてもよく、また、別個に添加されてもよい。

廃樹脂を添加する際には、さらに原料モノマーおよび触媒（追加分）、オリゴマーを添加してもよい。

重縮合反応後のポリカーボネートは、押出機で、必要に応じて添加される添加剤と混合され、ペレタイズされる。

### 【0051】

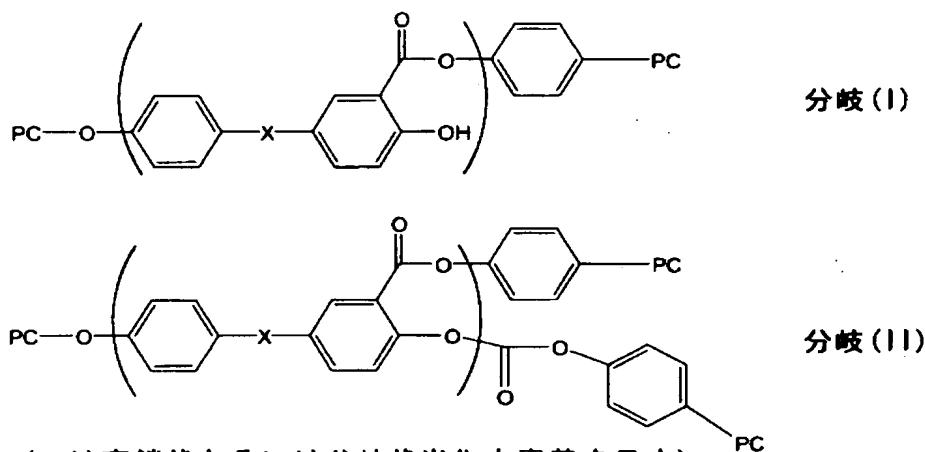
ポリカーボネート廃樹脂は重縮合工程に1度きりの添加であってもよく、複数回にわけて添加してもよい。

こうして得られたポリカーボネートの20℃塩化メチレン中で測定した極限粘度は、通常0.10～1.0dl/g、好ましくは0.30～0.65dl/gである。

上記リサイクル方法によれば、下記の一般式、分岐(I)、分岐(II)に示される、分岐の生成が極力抑えられ、色相が改良されたポリカーボネートを効率良く、製造することができる。

### 【0052】

#### 【化4】



### 【0053】

この理由としては、ポリカーボネート廃樹脂は、もともと、適度な高い分子量であるため、モノマーからの重合の場合に比較し、熱エネルギーの供給量が少なくてすみ、高温下での滞留時間は、短くなるからと推量される。

本発明では、上記のようにして得られる反応生成物であるポリカーボネートを冷却することなく重縮合反応後ただちに、下記のようなpKa値が3以下であるイオウ含有酸性化合物および/または該酸性化合物から形成される誘導体（以下酸性化合物ということもある）を添加してもよい。

### 【0054】

イオウ含有酸性化合物および該酸性化合物から形成される誘導体としては、亜硫酸、硫酸、スルフィン酸系化合物、スルホン酸系化合物およびこれらの誘導体を挙げられ、具体的に、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼンスルホン酸ブチル、p-トルエンスルホン酸メチル、p-トルエンスルホン酸エチル、p-トルエンスルホン酸ブチルなどである。

#### 【0055】

このような酸性化合物は、上記ポリカーボネートの反応に触媒として用いられたアルカリ成分の合計量に対して、0.1～50モル倍、好ましくは0.1～15モル倍、0.1～7モル倍の量で含まれていることが望ましい。このような量で酸性化合物を反応生成物（ポリカーボネート）に添加することにより、ポリカーボネート中に残存するアルカリ金属の亜リン酸塩が中和されたり、弱められたりして、最終的に滞留安定性および耐水性がさらに向上されたポリカーボネートを得ることができる。

#### 【0056】

ポリカーボネートの成形は、一軸押出機、二軸押出機、スタティックミキサーなどの通常の混練機により行われ、これらの混練機はベント付きでもベントなしでも有効に使用される。

さらに本発明の目的を損なわない範囲で、ポリカーボネートには、添加剤が添加されていてもよい。

#### 【0057】

添加剤としては、具体的に、使用目的に応じて一般的にポリカーボネートに添加される添加剤を広く挙げることができ、耐熱安定剤、エポキシ化合物、紫外線吸収剤、離型剤、着色剤、帯電防止剤、スリップ剤、アンチブロッキング剤、滑剤、防曇剤、天然油、合成油、ワックス、有機系充填剤、無機系充填剤などを挙げられる。

#### 【0058】

このようにして製造されたポリカーボネートは、必要に応じてペレタイズされ、各用途に用いられる。本発明に係る製造方法で得られたポリカーボネートは、色相に優れ、あらゆる分野に応用でき、特に光学用材料として好適である。

**【0059】****【発明の効果】**

本発明のリサイクル方法によれば、ポリカーボネート樹脂を解重合したり、オリゴマー成分を抽出したりするという煩雑処理工程を施す必要がなく、ポリカーボネート樹脂をそのままリサイクルできる。また、本発明の方法により得られたポリカーボネート樹脂は、リサイクルすることなく製造したバージン樹脂と特性的に何らかわるところがない。さらに、本発明のリサイクル方法によると、分岐の生成が極力抑えられ、従来のポリカーボネート樹脂に比べて著しく色相が改良されたポリカーボネート樹脂を効率良く、製造することができる。

**【0060】****【実施例】**

以下、本発明について実施例によりさらに詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。

本発明において示されている物性は、以下のようにして測定される。

**[ポリカーボネートの極限粘度 (IV)]**

塩化メチレン中、0.5 g/dl の濃度で、20°C ウベローデ粘度計を用いて測定した。

**[ポリカーボネートの末端OH基濃度]**

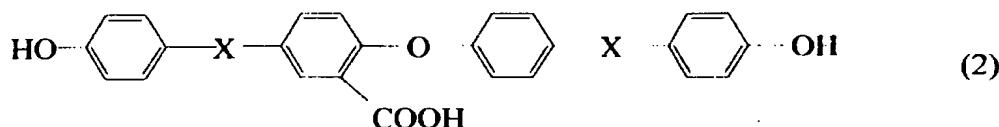
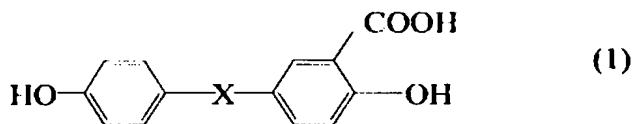
サンプル 0.4 g を 3 ml のクロロホルムに溶解した後、<sup>13</sup>C-NMR によって、末端OH基の全末端濃度に対する割合 (%) を計算した。

**[ポリカーボネートの分岐の測定]**

分岐 (1)、(2) で示される分岐量の決定のため、ポリカーボネートをアルカリ加水分解した後、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) により、下記の 2 種類の化合物の定量を行った。

**【0061】**

## 【化5】



(Xは直鎖状あるいは分歧状炭化水素基を示す)

## 【0062】

使用したポリカーボネートオリゴマー、ポリカーボネート廃樹脂、および実施例のエステル交換反応系に含まれるポリカーボネート重縮合成分のOH基重量濃度を以下表1に示す。

## 【0063】

## 【表1】

表 1

|                | IV    | 末端OH濃度(%) | M    | OH重量濃度(ppm) |
|----------------|-------|-----------|------|-------------|
| ポリカーボネートオリゴマー  | 0.155 | 32        | 3237 | 3361        |
| ポリカーボネート廃樹脂 I  | 0.353 | 5         | 8726 | 195         |
| ポリカーボネート廃樹脂 II | 0.353 | 19        | 8726 | 740         |
| ビスフェノールA       | -     | -         | 228  | 149123      |
| 比較例1           | 0.155 | 32        | 3237 | 3361        |
| 比較例2           | 0.353 | 5         | 8726 | 195         |
| 実施例1           | 0.353 | 19        | 8726 | 740         |
| 実施例2,4         | -     | -         | 5981 | 1778        |
| 実施例3,5         | -     | -         | 5981 | 3344        |

## 【0064】

## 【比較例1】

ポリカーボネートオリゴマー (IVが0.155dl/g、末端OH濃度32重量%) 100重量部を、攪拌機を備えたフラスコに仕込み、真空脱気、窒素置換を3回繰り返し表2に示した触媒を用いて、310°Cで、攪拌下、2 torrで、30分、フェノールを留去しながら、重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分歧

化合物量を評価した。

#### 【0065】

結果を表2に示す。

#### 【0066】

#### 【比較例2】

IVが0.353 dl/g、末端OH基濃度が5%、t-ブチルフェノール末端を有するポリカーボネート廃樹脂(I)（市販のコンパクトディスク成形時のスプール）100重量部を、攪拌機を備えたフラスコに仕込み、真空脱気、窒素置換を3回繰り返し、表2に示した触媒を用いて、310°C、2 torr、30分間重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分岐化合物量を評価した。

#### 【0067】

#### 【実施例1】

比較例2において、ポリカーボネート廃樹脂(I)の代わりに、IVが0.353 dl/g、末端OH基濃度が19%、フェノール末端を有するポリカーボネート廃樹脂(II)（市販のコンパクトディスク成形時のスプール）100重量部を用い、比較例2と同様に重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分岐化合物量を評価した。

#### 【0068】

結果を表2に示す。

#### 【0069】

#### 【実施例2】

ポリカーボネートオリゴマー（IVが0.155 dl/g、末端OH濃度32重量%）50重量部と、前記ポリカーボネート廃樹脂(I)50重量部とを、攪拌機を備えたフラスコに仕込み、真空脱気、窒素置換を3回繰り返し、表2に示した触媒を用いて、310°Cで、攪拌下、2 torrで、30分、フェノールを留去しながら、重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分岐化合物量を評価した。

#### 【0070】

結果を表2に示す。

#### 【0071】

**【実施例3】**

実施例2において、末端調整剤としてビスフェノールAを、1.05重量部を添加した以外は実施例2と同様にして重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分岐化合物量を評価した。

結果を表2に示す。

**【0072】****【実施例4】**

実施例2において、310℃で、攪拌下、2torrで、30分、フェノールを留去しながら、重合を行ったのち、さらに、310℃で、攪拌下、0.8torrで、30分、フェノールを留去しながら重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分岐化合物量を評価した。

**【0073】**

結果を表2に示す。

**【0074】****【実施例5】**

実施例4において、末端調整剤としてビスフェノールAを、1.05重量部を添加した以外は実施例4と同様にして重合を行った。得られた重合物の極限粘度、末端OH基濃度、分岐化合物量を評価した。

結果を表2に示す。

**【0075】**

【表2】

表2

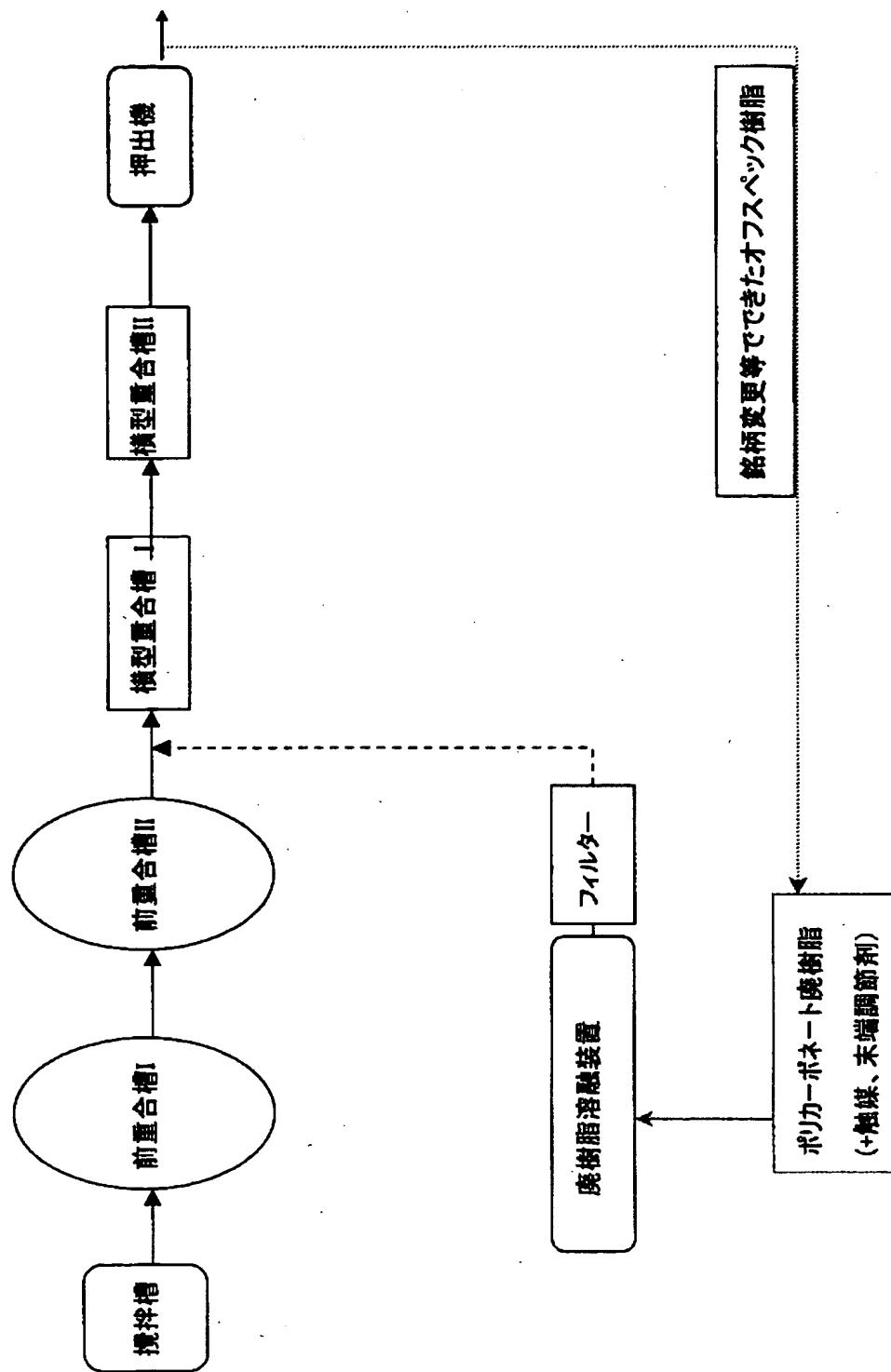
| ポリカーボネートオリコマー量    |                        | (重量部) | 比較例1 | 比較例2           | 実施例1  | 実施例2           | 実施例3           | 実施例4           | 実施例5           |
|-------------------|------------------------|-------|------|----------------|-------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 廃ポリ<br>カーボ<br>ネット | 末端封止剤種類                |       | -    | t-ブチルフェ<br>ノール | フェノール | t-ブチルフェ<br>ノール | t-ブチルフェ<br>ノール | t-ブチルフェ<br>ノール | t-ブチルフェ<br>ノール |
|                   | 末端OH基濃度<br>(%)         | -     | 5    | 19             | 5     | 5              | 5              | 5              | 5              |
|                   | 添加量<br>(重量部)           | -     | 100  | 100            | 50    | 50             | 50             | 50             | 50             |
| BPA添加<br>(重量部)    |                        | -     | -    | -              | -     | 1.05           | -              | 1.05           |                |
| 重合<br>条件          | 触媒種類                   |       | NaOH | NaOH           | NaOH  | NaOH           | NaOH           | NaOH           | NaOH           |
|                   | 触媒量(Naとして)<br>(ppb)    | 100   | 100  | 100            | 100   | 100            | 100            | 100            | 100            |
|                   | 時間310°C、2torr<br>(分)   | 30    | 30   | 30             | 30    | 30             | 30             | 30             | 30             |
|                   | 時間310°C、0.8torr<br>(分) | -     | -    | -              | -     | -              | 30             | 30             |                |
| 重合<br>後の<br>物性    | IV<br>(dl/g)           | 0.48  | 0.36 | 0.42           | 0.38  | 0.40           | 0.46           | 0.51           |                |
|                   | 末端OH基濃度<br>(%)         | 13    | 4    | 15             | 10    | 24             | 10             | 23             |                |
|                   | 分岐化合物(1)<br>(ppm)      | 1220  | 20   | 780            | 310   | 420            | 490            | 950            |                |
|                   | 分岐化合物(2)<br>(ppm)      | 40    | <10  | <10            | <10   | <10            | <10            | 20             |                |

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 図1は、本発明に係る第3の態様のポリカーボネット廃樹脂におけるリサイクル方法を示すフロー図である。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、ポリカーボネート廃樹脂を、溶融重縮合装置を用いることにより、高いエネルギー効率で、ポリカーボネートを再生する本質的なリサイクル方法を提供する。

【解決手段】 ポリカーボネート廃樹脂および／またはポリカーボネートオリゴマーをエステル交換重合装置に添加し、重縮合反応を進行させる際に、エステル交換反応系中に含まれるポリカーボネート重縮合成分のOH基濃度を調整するポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。重合槽が複数個連結した連続式溶融重縮合装置を用いてポリカーボネート樹脂を製造する該重縮合装置の任意の箇所に、ポリカーボネート廃樹脂を供給し、廃樹脂とのエステル交換反応および／または重縮合反応を進行させる際に、予めポリカーボネートオリゴマーの末端OH基濃度を、調整して重縮合するポリカーボネート樹脂のリサイクル方法。

【選択図】 図1

特願2002-359578

出願人履歴情報

識別番号 [390000103]

1. 変更年月日 1990年 9月 3日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都中央区日本橋本町3丁目7番2号  
氏 名 日本ジーイープラスチックス株式会社
2. 変更年月日 1993年 3月 4日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都中央区日本橋浜町2丁目35番4号  
氏 名 日本ジーイープラスチックス株式会社